Standar Nasional Indonesia

SNI 14:2017

Minyak kelapa sawit yang dimurnikan (*Refined bleached deodorized palm oil*/RBDPO) untuk pangan

ICS 67.200.10

Badan Standardisasi Nasional

Daftar Isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 14:2017 dengan judul *Minyak kelapa sawit yang dimurnikan* (*Refined bleached deodorized Palm Oil/RBDPO) untuk pangan*, merupakan revisi dari SNI 01-0014-1995, *Refined Bleached Deodorized (RBD) palm oil*.

Standar sebelumnya direvisi dan dirumuskan menjadi Standar ini dengan tujuan sebagai berikut:

1. Menyesuaikan standar dengan perkembangan teknologi, terutama dalam persyaratan mutu dan metode uji;
2. Menyesuaikan standar dengan peraturan-peraturan baru yang berlaku;
3. Melindungi kesehatan konsumen;
4. Menjamin perdagangan pangan yang jujur dan bertanggung jawab;
5. Mendukung perkembangan produk industri minyak kelapa sawit.

Beberapa perubahan yang dilakukan adalah :

1. Perubahan pada judul untuk menyesuaikan ruang lingkup standar;
2. Perubahan pada ruang lingkup yaitu dengan menambahkan kalimat hanya berlaku untuk pangan;
3. Penambahan pasal komposisi;
4. Penghapusan pasal klasifikasi;
5. Penambahan kriteria uji yaitu: organoleptik, bilangan peroksida, dan penyesuaian nilai dan kriteria uji cemaran logam sesuai dengan ketentuan yang berlaku;
6. Penyesuaian metode uji mengacu pada acuan standar terkini.

Standar ini dirumuskan oleh Komite Teknis 67-04, *Makanan dan Minuman*. Standar ini telah dibahas melalui rapat teknis dan disepakati dalam rapat konsensus yang dilaksanakan di Jakarta pada tanggal 29 April 2014, dengan dihadiri para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait yaitu: perwakilan dari produsen, konsumen, pakar dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 16 Februari 2015 sampai dengan tanggal 14 Mei 2015 dengan hasil akhir disetujui menjadi RASNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggungjawab untuk pengidentifikasian salah ssatu atau seluruh hak paten yang ada.

Pendahuluan

Standar ini dirumuskan dengan memperhatikan ketentuan yang terdapat pada:

1. Undang-Undang Nomor 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen;
2. Undang-Undang Nomor 36 Tahun 2009 tentang Kesehatan;
3. Undang-Undang Nomor 18 Tahun 2012 tentang Pangan;
4. Undang-Undang Nomor 3 Tahun 2014 tentang Perindustrian;
5. Undang-Undang Nomor 20 Tahun 2014 tentang Standardisasi dan Penilaian Kesesuaian;
6. Peraturan Pemerintah Nomor 69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan;
7. Peraturan Pemerintan Nomor 102 Tahun 200 tentang Standardisasi Nasional;
8. Peraturan Pemerintah Nomor 28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu, dan Gizi Pangan;
9. Peraturan Menteri Perindustrian Nomor 24/M-IND/PER/2/2010 tentang Pencantuman Logo Tara Pangan dan Kode Daur Ulang pada Kemasan Pangan dari Plastik;
10. Peraturan Menteri Perindustrian Nomor 75/M-IND/7/2010 tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik (Good Manufacturing Practices);
11. Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan;
12. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor HK. 00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan;
13. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 4 – 25 Tahun 2013, Nomor 36 – 38 Tahun 2013 dan Nomor 4 Tahun 2014 tentang Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan;
14. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 21 Tahun 2016 tentang Kategori Pangan.
15. Peraturan Kepala Badan Standardisasi Nasional Nomor 2 Tahun 2017 tentang Tata Cara Penggunaan Tanda SNI dan Tanda Kesesuaian Berbasis SNI.

Minyak kelapa sawit yang dimurnikan (*Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* untuk pangan

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu, pengambilan contoh, dan cara uji minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* yang digunakan untuk pangan.

2 Acuan normatif

Pedoman ini tidak dapat dilaksanakan tanpa menggunakan dokumen referensi di bawah ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Untuk acuan yang tidak bertanggal, edisi terakhir dari (termasuk amandemen lain) yang berlaku.

SNI 429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.*

3 Istilah dan definisi

3.1
minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)*
minyak yang diperoleh dari proses penghilangan gum (*degumming),* pemucatan (*bleaching)*, dan deodorisasi minyak kelapa sawit mentah

3.2
minyak kelapa sawit mentah (*crude palm oil/CPO)*
minyak yang diperoleh dari proses pengempaan sabut buah (*mesocarp*) tanaman kelapa sawit (*Elaeis guineensis* Jacq.)

4 Bahan

4.1 Bahan baku

Minyak kelapa sawit mentah.

4.2 Bahan tambahan pangan

Bahan tambahan pangan yang diizinkan sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

4.3 Komposisi asam lemak

Komposisi asam lemak pada minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* untuk pangan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 – Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* untuk pangan

No.	Asam lemak	Komposisi (%)
1.	C12 : 0 (Asam Laurat)	maks. 0,5
2.	C14 : 0 (Asam Miristat)	0,5 – 2,0
3.	C16 : 0 (Asam Palmitat)	39,3 – 47,5
4.	C18 : 0 (Asam Stearat)	3,5 – 6,0
5.	C18 : 1 (Asam Oleat)	36,0 -44,0
6.	C18 : 2 (Asam Linoleat)	9,0 – 12,0
7.	C18 : 3 (Asam Linolenat)	maks. 0,5
8.	C20 : 0 (Asam Arakidat)	maks. 1,0

*Codex Standard for named vegetable oils, Codex-Stan 210

Komposisi asam lemak minyak kelapa sawit yang dimurnikan untuk pangan *(Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* sebagaimana terdapat pada Tabel 1 tidak ditujukan sebagai syarat mutu, hanya merupakan panduan untuk penentuan identitas produk.

5 Syarat mutu

Syarat mutu minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(RBDPO)* untuk pangan sesuai Tabel 2.

Tabel 2 – Syarat mutu minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* untuk pangan

No.	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Bau	-	normal
1.2	Rasa	-	normal
1.3	Warna (*Lovibond, 5 ¼ " cell*)	merah/kuning	maks. 3,5/35
2	Kadar air dan kotoran	fraksi massa (%)	maks. 0,1
3	Titik leleh	°C	33-39
4	Asam lemak bebas (sebagai palmitat)	fraksi massa (%)	maks. 0,1*
5	Bilangan iod (*Wijs*)	g I_2/100g	50-55
6	Bilangan peroksida	mek O_2/kg	maks. 10*
7	Cemaran logam		
7.1	Timbal (Pb)	mg/kg	maks. 0,1
7.2	Kadmium (Cd)	mg/kg	maks. 0,2
7.3	Timah (Sn)	mg/kg	maks. 40 maks. 250**
7.4	Merkuri (Hg)	mg/kg	maks. 0,05
8	Cemaran Arsen (As)	mg/kg	maks. 0,1
	CATATAN: * di pabrik ** dikemas dalam kaleng		

6 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 429.

7 Cara uji

Cara uji untuk minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO)* untuk pangan seperti di bawah ini:

a) Persiapan contoh sesuai Lampiran A.1
b) Cara uji keadaan sesuai Lampiran A.2
  - Cara uji bau sesuai Lampiran A.2.1
  - Cara uji rasa sesuai Lampiran A.2.2
  - Cara uji warna sesuai Lampiran A.2.3
c) Cara uji kadar air dan kotoran sesuai Lampiran A.3
d) Cara uji titik leleh sesuai Lampiran A.4
e) Cara uji asam lemak bebas sesuai Lampiran A.5
f) Cara uji bilangan iod sesuai Lampiran A.6
g) Cara uji bilangan peroksida sesuai Lampiran A.7
h) Cara uji cemaran logam sesuai Lampiran A.8
  - Cara uji timbal (Pb) sesuai Lampiran A.8.1
  - Cara uji kadmium (Cd) sesuai Lampiran A.8.2
  - Cara uji timah (Sn) sesuai Lampiran A.8.3
  - Cara uji merkuri (Hg) sesuai Lampiran A.8.4
i) Cara uji arsen (As) sesuai Lampiran A.9

8 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi ketentuan syarat mutu sesuai Tabel 2.

9 Higiene

Cara memproduksi produk yang higienis termasuk cara penyiapan dan penanganannya sesuai dengan peraturan perundang-undangan.

10 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

11 Syarat penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan peraturan perundang-undangan.

Lampiran A
(normatif)
Cara uji minyak kelapa sawit yang dimurnikan (*Refined bleached deodorized palm oil/RBDPO*) untuk pangan

A.1 Persiapan contoh

Persiapan contoh terdiri atas persiapan contoh untuk uji organoleptik dan uji kimia. Pengambilan contoh untuk uji organoleptik dilakukan pertama, kemudian dilanjutkan dengan pengambilan contoh untuk uji kimia.

A.1.1 Persiapan contoh untuk uji organoleptik

Ambil contoh minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(RBDPO)* 50 g sampai dengan 100 g kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.1.2 Persiapan contoh untuk uji kimia

Ambil contoh minyak kelapa sawit yang dimurnikan *(RBDPO)* sebanyak 400 g sampai dengan 500 g kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.2 Keadaan

A.2.1 Bau

A.2.1.1 Prinsip

Pengamatan contoh uji dengan indera penciuman yang dilakukan oleh panelis yang terlatih atau kompeten untuk uji organoleptik.

A.2.1.2 Cara kerja

a) Ambil contoh uji yang sudah dicairkan sebanyak 20 g sampai dengan 25 g dan letakkan di atas cawan petri yang bersih dan kering;
b) cium contoh uji untuk mengetahui baunya; dan
c) lakukan pengerjaan minimum oleh 3 orang panelis yang terlatih atau 1 orang tenaga ahli.

A.2.1.3 Cara menyatakan hasil

a) Jika tercium bau khas minyak kelapa sawit yang dimurnikan, maka hasil dinyatakan “normal”; dan
b) jika tercium selain bau khas minyak kelapa sawit yang dimurnikan maka hasil dinyatakan “tidak normal”.

A.2.2 Rasa

A.2.2.1 Prinsip

Pengamatan contoh uji dengan indera pengecap (lidah) yang dilakukan oleh panelis yang terlatih atau kompeten untuk pengujian organoleptik.

A.2.2.2 Cara kerja

a) Ambil contoh uji yang sudah dicairkan secukupnya dan rasakan dengan indera pengecap (lidah); dan
b) lakukan pengerjaan minimum oleh 3 orang panelis yang terlatih atau 1 orang tenaga ahli.

A.2.2.3 Cara menyatakan hasil

a) Jika terasa khas minyak kelapa sawit yang dimurnikan, maka hasil dinyatakan "normal"; dan
b) Jika tidak terasa khas minyak kelapa sawit yang dimurnikan, maka hasil dinyatakan "tidak normal".

A.2.3 Warna

A.2.3.1 Prinsip

Pengukuran warna contoh dengan menyetarakan warna cahaya yang ditransmisikan minyak atau lemak cair melalui kedalaman khusus dengan warna cahaya asal dari sumber yang sama yang dipancarkan melalui standar warna.

A.2.3.2 Peralatan

a) Lovibond tintometer;
b) Kotak cahaya;
c) Terdiri dari dua buah lampu 60 watt (pearl lamp yang tidak dilapisi) yang menyinari bidang pada sudut 45 derajat;
d) Rak warna yang dilengkapi dengan skala warna:
   Merah : 0,1 - 0,9; 1,0 - 9,0; 10,0 dan 70,0
   Kuning : 0,1 - 0,9; 1,0 - 9,0; 10,0 - 70,0 ;
e) Kuvet (*cell*) 5 1/4" .

A.2.3.3 Cara kerja

a) Contoh yang akan diuji harus cair, jernih, dan terang. Bila contoh tidak berbentuk cairan pada suhu kamar, panaskan contoh pada suhu sekitar 10 °C di atas titik lelehnya;
b) tuang contoh ke dalam kuvet. Pastikan bahwa kuvet bersih dan kering, apabila diperlukan, hangatkan terlebih dahulu sehingga tidak ada padatan yang memisah dari contoh selama pengukuran;
c) tempatkan kuvet yang telah berisi contoh ke dalam kotak cahaya menutup lubang pengintai. Dengan segera tentukan warna contoh uji, diawali dengan menggunakan rak warna pada perbandingan kuning 10 (10 Y) sampai dengan merah 1 (1R). Cocokkan sampai warna yang setara diperoleh;
d) Pembacaan harus dilakukan oleh dua orang operator terlatih.

A.2.3.4 Cara menyatakan hasil

Warna yang dibaca dalam angka skala merah dinyatakan R, dan dalam angka skala kuning dinyatakan Y.

A.3 Kadar air dan kotoran

A.3.1 Kadar air

A.3.1.1 Prinsip

Kadar air dan bahan menguap dihitung berdasarkan bobot yang hilang selama pemanasan dalam oven pada suhu (130 ± 1) °C.

A.3.1.2 Peralatan

a) Oven;
b) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
c) desikator; dan
d) cawan aluminium bertutup diameter 50 mm, tinggi 20 mm

A.3.1.3 Cara kerja

a) Panaskan cawan beserta tutupnya dalam oven pada suhu (130 ± 1) °C selama kurang lebih 30 menit dan dinginkan dalam desikator selama 20 menit sampai dengan 30 menit, kemudian timbang dengan neraca analitik (W_0);
b) masukkan contoh sebanyak 5 g ke dalam cawan, ditutup, dan kemudian ditimbang (W_1);
c) panaskan cawan yang berisi contoh tersebut di dalam oven pada suhu (130 ± 1) °C selama 30 menit, kemudian dinginkan sampai suhu ruang dalam desikator dan timbang (W_2);
d) ulangi penimbangan sampai diperoleh bobot yang tetap; dan
e) hitung kadar air dan bahan menguap dalam contoh.

A.3.1.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air dan bahan menguap (\%)} = \frac{W1-W2}{W1-W0} \times 100 \qquad (1)$$

Keterangan :

W_0 adalah bobot cawan kosong dan tutupnya, dinyatakan dalam gram (g);
W_1 adalah bobot cawan, tutupnya, dan contoh sebelum dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g);
W_2 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh setelah dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g).

A.3.2 Kadar kotoran

A.3.2.1 Prinsip

Kadar kotoran ditentukan berdasarkan banyaknya bahan yang tidak larut dalam kerosin dan petroleum eter.

A.3.2.2 Peralatan

a) Cawan *Gooch* (dengan penyaring serat kaca tanpa pengisi bahan organik);
   Cuci penyaring dengan air, alkohol, dan eter. Keringkan untuk mendapatkan bobot yang tetap pada suhu (101 ± 1) °C. Dinginkan dalam desikator pada suhu ruang dan timbang.
b) Labu untuk wadah saringan;
c) Penangas air.

A.3.2.3 Pereaksi

a) Petroleum eter;
b) Kerosin, distilat minyak bumi yang telah dimurnikan dengan *flash point* tidak kurang dari 23 °C. Kerosin harus disaring terlebih dahulu menggunakan cawan *Gooch.*

A.3.2.4 Cara kerja

a) Gunakan residu dari hasil pengujian kadar air dan bahan menguap;
b) tambahkan 50 mL kerosin dan panaskan pada penangas air untuk melarutkan lemak;
c) saring dengan menggunakan cawan *Gooch* yang telah disiapkan bersama pompa vakum. Cuci dengan 10 mL kerosin panas sebanyak 5 kali;
d) cuci dengan petroleum eter untuk menghilangkan kerosin. Keringkan cawan pada (101 ± 1) °C, dinginkan dalam deksikator sampai suhu ruang dan timbang sampai didapatkan bobot tetap.

A.3.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar kotoran (\%)} = \frac{Bobot\ Kotoran\ dalam\ cawan}{Bobot\ contoh\ dalam\ penetapan\ kadar\ air}\ x\ 100\% \quad (2)$$

A.3.3 Kadar air dan kotoran

Kadar air dan kotoran (%) = Kadar air dan bahan menguap (%) + Kadar kotoran (%)

A.4 Titik leleh

A.4.1 Prinsip

Pengukuran titik leleh pada tabung kapiler yang berisi contoh yang telah dikristalkan pada kondisi tertentu.

A.4.2 Peralatan

a) Tabung kapiler dengan diameter 1 mm sampai dengan 2 mm;
b) Termometer dengan kisaran -2 °C sampai dengan 68 °C atau -2 °C sampai dengan 80 °C;
c) Gelas piala 600 mL;
d) Penangas air;
e) Lemari es.

A.4.3 Cara kerja

a) Lelehkan contoh uji dan saring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor dan air. Harus dipastikan bahwa contoh benar-benar kering;
b) masukkan sedikitnya tiga buah tabung kapiler yang bersih ke dalam contoh yang telah meleleh sempurna sehingga contoh naik setinggi kira-kira 10 mm ke dalam tabung kapiler. Dinginkan contoh sampai lemak memadat;
c) tempatkan tabung kapiler dalam gelas piala dan diamkan dalam *lemari es* pada suhu (4°C – 10 °C) selama 16 jam (bisa dilakukan semalaman);
d) pindahkan tabung kapiler dari lemari es dan ikat menggunakan pengikat karet atau yang sejenisnya pada termometer sehingga bagian bawah tabung kapiler berada pada dasar merkuri dari termometer;
e) rendam termometer dalam gelas piala 600 mL yang berisi air suling yang jernih. Bagian dasar termometer dibenamkan dalam air;
f) atur suhu penangas air sekitar (8 °C – 10 °C) di bawah titik leleh contoh. Sirkulasikan air dalam penangas air dengan aliran udara atau dengan cara lainnya dan biarkan memanas sehingga laju kenaikan suhu penangas air 1 °C/menit, lambatkan laju sampai 0,5 °C sampai mendekati titik leleh;
g) lanjutkan pemanasan sampai level permukaan lemak pada masing-masing tabung naik. Amati suhu masing-masing tabung dan hitung rata-ratanya. Nyatakan rata-rata ini sebagai titik leleh.

A.5 Asam lemak bebas (dihitung sebagai palmitat)

A.5.1 Prinsip

Pelarutan contoh dalam pelarut organik dan dinetralkan dengan larutan basa (kalium hidroksida atau sodium hidroksida).

A.5.2 Peralatan

a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
b) Buret 10 mL atau 50 mL ;
c) *Erlenmeyer* 250 mL;
d) Labu ukur 100 mL; dan
e) Gelas ukur 50 mL.

A.5.3 Pereaksi

a) Etanol 95 %;
Etanol 95 % ditambah dengan beberapa tetes indikator fenolftalein dan dititar dengan NaOH 0,1 M sampai terbentuk warna merah muda.
b) Indikator fenolftalein (pp) 1 % dalam etanol 95 %;
Larutkan 1,0 g pp dengan etanol 95 % ke dalam labu ukur 100 mL kemudian tepatkan sampai tanda garis.
c) Larutan standardisasi NaOH 0,1 M dalam etanol.

A.5.4 Cara kerja

a) Contoh yang akan ditimbang harus diaduk sempurna dan sudah mencair, jangan memanaskan contoh lebih dari 10 °C di atas titik lelehnya;
b) timbang contoh sebanyak (56,4 ± 0,2) g ke dalam *Erlenmeyer* 250 mL;
c) tambahkan alkohol hangat yang sudah dinetralkan dan 2 mL indikator pp;

d) titrasi dengan menggunakan larutan NaOH 0,1 M, goyangkan, sampai muncul warna merah muda permanen yang sama dengan warna alkohol netral sebelum penambahan contoh. Warna merah muda harus stabil selama 30 detik;
e) catat volume larutan NaOH yang diperlukan (V).

A.5.5 Perhitungan

Asam lemak bebas (sebagai palmitat), % = $\frac{V \times M \times 25,6}{W}$ (3)

Keterangan :
V adalah volume larutan NaOH yang diperlukan untuk titrasi, dinyatakan dalam milliliter (mL);
M adalah molaritas natrium tiosulfat, dinyatakan dalam molaritas (M);
W adalah bobot contoh yang diuji, dinyatakan dalam gram (g).

A.6 Bilangan iod

A.6.1 Prinsip

Minyak atau lemak bereaksi dengan larutan iodium monoklorida untuk halogenasi ikatan rangkap. Kelebihan iodium monoklorida direduksi menjadi iodium bebas dengan adanya kalium iodida dan iodium bebas diukur secara titrasi dengan natrium tiosulfat menggunakan indikator kanji. Bilangan iodium dinyatakan sebagai gram iodium yang diserap per 100 g minyak atau lemak.

A.6.2 Peralatan

a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,0001 mg;
b) Oven;
c) Pengaduk magnet (*magnetic stirrer*);
d) Kertas saring;
e) Gelas piala 50 mL;
f) Labu bertutup asah untuk iod 500 mL;
g) Labu takar bertutup asah 1.000 mL, untuk menyiapkan larutan standar;
h) Piper ukur 25 mL, untuk memipet 25 mL larutan *Wijs* secara akurat;
i) Pipet ukur 25 mL, untuk memipet larutan KI 15 %;
j) Pipet ukur 2 mL, untuk larutan kanji;
k) Pipet ukur 50 mL, untuk sikloheksan;
l) Pencatat waktu.

A.6.3 Pereaksi

a) Larutan *Wijs;*
b) Larutan kalium iodida (KI) 15 % (g/L);
Larutkan 15 g KI ke dalam 100 mL air suling.
c) Sikloheksana p.a. (*reagent grade*) ;
d) Indikator kanji;
Larutkan 1 g kanji ke dalam sejumlah air suling, tambahkan 200 mL air mendidih sambil diaduk.
e) Kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$);
f) Asam klorida (HCl) pekat (berat jenis 1,19);

g) Larutan standar natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,1 M;
Standardisasi larutan ini menggunakan $K_2Cr_2O_7$. Timbang 0,16 g - 0,22 g kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) yang sudah dihaluskan dan dikeringkan (pada suhu 110 °C) ke dalam *Erlenmeyer* 500 mL, dan larutkan dengan 25 mL air suling. Tambahkan 5 mL HCl pekat dan 20 mL larutan kalium iodida jenuh kemudian diaduk. Titar dengan natrium tiosulfat 0,1 M yang akan distandardisasi sampai warna kuning larutan hampir hilang. Tambahkan 1 mL sampai dengan 2 mL larutan kanji 1 % dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang.

$$M = \frac{20{,}394 \times W}{V} \quad (4)$$

Keterangan :
M adalah molaritas natrium tiosulfat, dinyatakan dalam molaritas (M);
W adalah bobot kalium dikromat, dinyatakan dalam milligram (mg);
V adalah volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk titrasi, dinyatakan dalam milliliter (mL);
20,394 adalah konstanta.

A.6.4 Cara kerja

a) Lelehkan contoh uji (jika masih berbentuk padat), dan saring menggunakan dua buah kertas saring untuk menghilangkan pengotor dan air. Penyaringan harus dalam keadaan panas (80 °C – 85 °C) dan harus selesai dalam waktu 5 menit ± 30 menit;
b) setelah penyaringan, biarkan contoh yang sudah disaring mencapai suhu (68 °C – 71 °C) sebelum contoh ditimbang;
c) setelah contoh mencapai suhu (68 °C – 71 °C), segera timbang teliti contoh (Tabel A.1) ke dalam labu bertutup untuk iod;
h) tambahkan 20 mL sikloheksana, dan aduk untuk memastikan contoh benar-benar larut;
d) tambahkan 25 mL larutan *Wijs* ke dalam labu yang berisi contoh dengan menggunakan pipet ukur, tutup labu, dan aduk untuk memastikan larutan tercampur, segera set waktu selama 30 menit;
e) segera simpan labu pada tempat gelap dengan suhu (25 ± 5) °C;
f) siapkan larutan blanko dan lakukan pengerjaan seperti contoh;
g) setelah 30 menit pindahkan labu dari tempat gelap, tambahkan 20 mL larutan KI 15 %, diikuti dengan 100 mL air suling;
h) titrasi dengan menggunakan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 M hingga warna kuning hampir hilang, kemudian tambahkan indikator kanji 1 mL sampai dengan 2 mL dan lanjutkan penitaran, kocok kuat untuk melepaskan semua iod dari lapisan pelarut hingga warna biru hilang;
i) Lakukan penetapan duplo;
j) Lakukan penetapan blanko;
k) Hitung bilangan Iod dalam contoh.

Tabel A.1 - Penimbangan contoh

Bilangan Iod	Berat contoh (g)		Ketepatan penimbangan (g)
	Untuk kelebihan 100 % larutan *Wijs*	Untuk kelebihan 150 % larutan *Wijs*	
20	1,5865	1,2720	0,0002
40	0,7935	0,6346	0,0002
60	0,5288	0,4231	0,0002

A.6.5 Perhitungan

$$\text{Bilangan iod} = \frac{12{,}69 \times M\ (V0 - V1)}{W} \qquad (5)$$

Keterangan :

M adalah molaritas natrium tiosulfat, dinyatakan dalam molaritas (M);
V_0 adalah volume larutan tiosulfat 0,1 M yang diperlukan dalam penitaran blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);
V1 adalah volume larutan tiosulfat 0,1 M yang diperlukan dalam penitaran contoh, dinyatakan dalam mililiter (mL);
W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.7 Bilangan peroksida

A.7.1 Prinsip

Kalium iodida yang ditambahkan berlebih ke dalam contoh akan bereaksi dengan peroksida yang ada pada lemak atau minyak. Banyaknya iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar tiosulfat menggunakan indikator kanji.

A.7.2 Peralatan

a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
b) Buret 50 mL;
c) *Erlenmeyer* 250 mL bertutup asah;
d) Pipet volumetrik 25 mL;
e) Labu ukur 100 mL dan 1 L;
f) Pipet volumetrik 1 mL; dan
g) *Erlenmeyer* 500 mL.

A.7.3 Pereaksi

a) Larutan asam asetat-isooktana;
Buat campuran asam asetat glasial dan isooktana 3:2 (v/v).
b) Larutan kalium iodida jenuh;
Larutkan kalium iodida p.a dalam air suling yang baru mendidih hingga kondisi jenuh (adanya kristal KI yang tidak larut). Larutan ini harus disiapkan setiap kali akan melakukan pengujian.
c) Larutan standar natrium tiosulfat 0,1 M;
Timbang 24,9 g natrium tiosulfat kemudian larutkan dengan air suling bebas CO_2 dalam gelas piala. Masukkan ke dalam labu ukur 1 L kemudian tera dan impitkan, tetapkan molaritas larutan tersebut.
Penetapan larutan standar natrium tiosulfat 0,1 M :
- Timbang 0,16 sampai dengan 0,22 kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) yang sudah dihaluskan dan dikeringkan (pada suhu 110 °C) ke dalam *Erlenmeyer* 500 mL, dan larutkan dengan 25 mL air suling. Tambahkan 5 mL HCl pekat dan 20 mL larutan kalium iodida jenuh kemudian diaduk. Titar dengan natrium tiosulfat 0,1 M yang akan distandardisasi sampai warna kuning larutan hampir hilang. Tambahkan 1 sampai dengan 2 mL larutan kanji 1 % dan titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang. Kerjakan duplo.

$$M = \frac{20{,}394 \times W}{V} \quad (6)$$

Keterangan :
M adalah molaritas natrium tiosulfat, dinyatakan dalam molaritas (M)
W adalah bobot kalium dikromat, dinyatakan dalam milligram (mg)
V adalah volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk titrasi, dinyatakan dalam milliliter (mL)
20,394 adalah konstanta

- Apabila perbedaan hasil diantara dua penetapan lebih dari 0,0004 maka lakukan triplo.

d) Larutan standar natrium tiosulfat 0,01 M;
Lakukan pengenceran larutan standar natrium tiosulfat 0,1 M untuk mendapatkan konsentrasi 0,01 M.
e) Indikator larutan kanji 1 %;
1 g serbuk kanji dididihkan dengan 100 mL air suling dalam gelas piala.

A.7.4 Cara kerja

a) Timbang dengan teliti (5 ± 0,05) g contoh (W) ke dalam *Erlenmeyer* asah 250 mL yang kering;
b) Tambahkan 50 mL larutan asam asetat glasial-isooktana, tutup *Erlenmeyer* dan aduk hingga larutan homogen;
c) Tambahkan 0,5 mL larutan kalium iodida jenuh dengan menggunakan pipet ukur, kemudian kocok selama 1 menit;
d) Tambahkan 30 mL air suling kemudian tutup *Erlenmeyer* dengan segera. Kocok dan titar dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 M hingga warna kuning hampir hilang, kemudian tambahkan indikator kanji 0,5 mL dan lanjutkan penitaran, kocok kuat untuk melepaskan semua iod dari lapisan pelarut hingga warna biru hilang;
e) Lakukan penetapan duplo;
f) Lakukan penetapan blanko;
g) Hitung bilangan peroksida dalam contoh.

A.7.5 Perhitungan

Bilangan peroksida dinyatakan sebagai miliekivalen O_2 per kg lemak yang dihitung menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan peroksida (mek } O_2\text{/kg)} = \frac{1000 \times M\,(V0 - V1)}{W} \quad (7)$$

Keterangan :
M adalah molaritas natrium tiosulfat, dinyatakan dalam molaritas (M);
V_0 adalah volume larutan tiosulfat 0,1 M yang diperlukan dalam penitaran contoh, dinyatakan dalam milliliter (mL);
V1 adalah volume larutan tiosulfat 0,1 M yang diperlukan dalam penitaran blanko, dinyatakan dalam milliliter (mL);
W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.8 Cemaran logam

A.8.1 Timbal (Pb)

A.8.1.1 Prinsip

Minyak atau lemak diatomisasi dalam tungku grafit yang dihubungkan dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang telah dikalibrasi menggunakan larutan standar Pb pada panjang gelombang 283,3 nm.

A.8.1.2 Peralatan

a) SSA;
b) Tungku grafit atomisasi(*graphite furnace atomizer*);
c) Tabung grafit;
d) Tanur;
e) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
f) Oven;
g) Platform;
h) Botol polipropilen/polietilen (kapasitas 20 mL);
i) Pipet mikro berukuran 20 µL;
j) Pipet tip;

A.8.1.3 Pereaksi

a) Sikloheksana;
b) Lesitin;
   Mengandung 2 % Fosfor
c) *Matrix modifier* 2 % (b/v);
   Larutkan 2 g lesitin dalam 100 mL sikloheksana.
d) Larutan blanko;
   Minyak lain yang sesuai, yang mengandung Pb ≤ 1 µg/kg. Simpan dalam botol polietilen yang bebas logam.
e) Larutan standar Pb 10 mg/kg;
   Sudah tersedia dan bersertifikat. Simpan dalam botol polietilen yang bebas logam.
f) Larutan standar kerja;
   Buat larutan standar Pb dengan konsentrasi 0,020 mg/kg; 0,050 mg/kg; 0,100 (mg/kg). Siapkan setiap kali akan melakukan pengukuran dan simpan dalam botol polietilen atau polipropilen yang bertutup.
g) Gas argon dengan kemurnian ≥ 99,99 %.

A.8.1.4 Cara kerja

a) Tempatkan contoh, larutan blanko dan larutan standar kerja ke dalam oven dengan suhu (60 ± 2) °C;
b) keluarkan dan kocok;
c) timbang 5 g contoh minyak dan 5 g *matrix modifier* (A.8.1.3 c) dalam botol berukuran 20 mL, kocok hingga homogen;
d) lakukan pengerjaan untuk larutan blanko dan larutan standar kerja seperti diatas;
e) siapkan SSA;
f) optimalkan posisi tungku grafit pada SSA dan atur program yang diperlukan pada unit kontrol tungku;
g) sebelum digunakan untuk penyutikan, pipet terlebih dahulu dibilas menggunakan 20 µL sikloheksana;

h) suntikkan larutan blanko, larutan standar kerja dan larutan contoh masing-masing sebanyak 20 µL dan baca absorbansinya dengan menggunakan SSA tungku grafit pada panjang gelombang 283,3 nm;
i) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
j) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C); dan hitung kandungan logam dalam contoh.

A.8.1.5 Perhitungan

Kandungan timbal (Pb), (mg/kg) $= \frac{C}{m}\ x\ V$ (8)

Keterangan:
C adalah kandungan Pb dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL); dan
m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.8.2 Kadmium (Cd)

A.8.2.1 Prinsip

Minyak atau lemak diatomisasi dalam tungku grafit yang dihubungkan dengan SSA yang telah dikalibrasi menggunakan larutan standar Cd pada panjang gelombang maksimum 228,8 nm.

A.8.2.2 Peralatan

a) SSA ;
b) Tungku grafit atomisasi (*graphite furnace atomizer*);
c) Tabung grafit;
d) Tanur;
e) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
f) Oven;
g) Platform;
h) Botol polipropilen/polietilen (kapasitas 20 mL);
i) Pipet mikro berukuran 10 µL dan 20 µL;
j) Pipet tip;
k) Autosampler (bila ada), dengan botol polipropilena.

A.8.2.3 Pereaksi

a) Sikloheksana;
b) Asam klorida (HCl);
c) Paladium klorida
d) Matrix modifier 0,1 % (b/v) larutan paladium;
Larutkan 0,167 g paladium klorida dalam 50 mL air dalam labu berukuran 100 mL, tambahkan 1 mL asam klorida dan tepatkan dengan air .
e) Larutan blanko;
Minyak lain yang sesuai, yang mengandung Pb ≤ 0,2 µg/kg. Simpan dalam botol yang bebas logam.
f) Larutan standar Cd 10 mg/kg;

Sudah tersedia dan bersertifikat. Simpan dalam botol polietilen yang bebas logam.

g) Larutan kerja standar;
Buat larutan standar Cd dengan konsentrasi 2,5 µg/kg; 5,0 µg/kg; dan 10 µg/kg. Siapkan setiap kali akan melakukan pengukuran dan simpan dalam botol polietilen atau polipropilen yang bertutup.

h) Gas argon dengan kemurnian ≥ 99,99 %.

A.8.2.4 Cara kerja

a) Tempatkan contoh, larutan blanko dan larutan standar kerja ke dalam oven dengan suhu (60 ± 2) °C. Bila menggunakan *autosampler*, larutkan 1:1 (b/v) semua larutan dengan pelarut yang sesuai. Homogenasikan dengan baik sebelum menuang larutan ke dalam botol sampel yang ada di *autosampler*;
b) kocok larutan contoh. Bila kandungan logam dalam contoh uji diketahui berada di luar kisaran larutan kerja standar (A.8.2.3 g), encerkan menggunakan blanko;
c) nyalakan SSA, optimasikan;
d) sebelum digunakan untuk penyuntikkan, pipet terlebih dahulu dibilas menggunakan 20 µL sikloheksana;
e) catat absorbansi blanko tabung grafit;
f) dengan menggunakan pipet mikro atau *autosampler*, suntikkan 20 µL *matrix modifier* ke dalam tungku grafit dan inisiasi program suhu *modifier*. Suntikkan 10 µL larutan kerja standar pertama ke tungku grafit. Lanjutkan dengan larutan kerja standar selanjutnya. Buat kurva kalibrasi;
g) gunakan pipet mikro untuk injeksi 20 µL *matrix modifier* ke dalam tungku grafit dan inisiasi program suhu *modifier*. Suntikkan 10 µL ke dalam tungku grafit, inisiasi program suhu, dan catat konsentrasi sesuai dengan prosedur operasi instrumen yang digunakan;
h) Lakukan duplo.

A.8.2.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan kadmium (Cd), (mg/kg)} = \frac{C}{m} x\ V \qquad (9)$$

Keterangan:

C adalah kandungan Cd dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL); dan
m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.8.3 Timah (Sn)

A.8.3.1 Prinsip

Contoh didekstruksi dengan HNO_3 dan HCl kemudian tambahkan KCl untuk mengurangi gangguan. Sn dibaca menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi N_2O-C_2H_2.

A.8.3.2 Peralatan

a) SSA beserta kelengkapannya (lampu katoda Sn) terkalibrasi;
b) Tanur;
c) Penangas air;
d) Pemanas listrik;
e) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
f) Labu ukur 1.000 mL, 100 mL, dan 50 mL;

g) Pipet ukur berskala 10 mL kapasitas 5 mL dan 0,1 mL;
h) *Erlenmeyer* 250 mL;
i) Gelas ukur kapasitas 50 mL; dan
j) Gelas piala 250 mL.

A.8.3.3 Pereaksi

a) Larutan kalium klorida (KCl), 10 mg/mL K;
larutkan 1,91 g KCl dengan air menjadi 100 mL.
b) Asam nitrat (HNO_3) pekat;
c) Asam klorida (HCl) pekat;
d) Larutan baku 1.000 µg/mL Sn; dan
larutkan 1.000 g Sn dengan 200 mL asam HCl pekat dalam labu ukur 1.000 mL, tambahkan 200 mL air suling, dinginkan pada suhu ruang dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
e) Larutan baku kerja Sn.
pipet 10 mL HCl pekat dan 1,0 mL larutan KCl ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL. Tambahkan masing-masing 0 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 1,5 mL; 2,0 mL dan 2,5 mL larutan baku 1.000 µg/mL Sn dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/mL; 5 µg/mL; 10 µg/mL; 15 µg/mL; 20 µg/mL dan 25 µg/mL Sn.

A.8.3.4 Cara kerja

a) Timbang contoh uji 10 g sampai dengan 20 g (m) dengan teliti ke dalam *Erlenmeyer* 250 mL, tambahkan 30 mL HNO_3 pekat dan biarkan 15 menit;
b) panaskan perlahan selama 15 menit di dalam lemari asam, hindari terjadinya percikan yang berlebih;
c) lanjutkan pemanasan sehingga sisa volume 3 mL sampai dengan 6 mL atau sampai contoh mulai kering pada bagian bawahnya, hindari terbentuknya arang;
d) angkat *Erlenmeyer* dari penangas listrik, tambahkan 25 mL HCl pekat, dan panaskan sampai selama 15 menit sampai letupan dari uap Cl_2 berhenti;
e) tingkatkan pemanasan dan didihkan sehingga sisa volume 10 mL sampai dengan 15 mL;
f) tambahkan 40 mL air suling, aduk, dan tuangkan ke dalam labu ukur 100 mL, bilas *Erlenmeyer* tersebut dengan 10 mL air suling (V);
g) tambahkan 1,0 mL KCl, dinginkan pada temperatur ruang, tera dengan air suling dan saring;
h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
i) baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 235,5 nm dengan nyala oksidasi N_2O-C_2H_2;
j) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
k) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
l) lakukan pengerjaan duplo; dan
m) hitung kandungan Sn dalam contoh.

A.8.3.5 Perhitungan

Kandungan timah (Sn) (mg/kg) $= \frac{C}{m} x\ V$ (10)

Keterangan:

C adalah konsentrasi timah (Sn) dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

A.8.3.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimum 16 % dari nilai rata-rata hasil kandungan timah (Sn). Jika kisaran lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang kembali.

A.8.4 Merkuri (Hg)

A.8.4.1 Prinsip

Reaksi antara senyawa merkuri dengan $NaBH_4$ atau $SnCl_2$ dalam keadaan asam akan membentuk gas atomik Hg. Jumlah Hg yang terbentuk sebanding dengan absorbans Hg yang dibaca menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm.

A.8.4.2 Peralatan

a) SSA yang dilengkapi lampu katoda Hg dan generator uap dingin (*cold vapour*);
b) *Microwave digester*;
c) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
d) Penangas listrik;
e) Pendingin terbuat dari borosilikat, diameter 12 mm sampai dengan 18 mm, tinggi 400 mm diisi dengan cincin *Raschig* setinggi 100 mm, dan dilapisi dengan batu didih berdiameter 4 mm di atas cincin setinggi 20 mm;
f) Labu destruksi 250 mL berdasar bulat;
g) Labu ukur 1.000 mL, 500 mL, dan 100 mL;
h) Gelas ukur 25 mL; dan
i) Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret.

A.8.4.3 Pereaksi

a) Asam sulfat (H_2SO_4) 9 M;
b) Asam nitrat (HNO_3) 7 M;
c) Batu didih;
d) Campuran asam nitrat (HNO_3) : asam klorat ($HClO_4$) (1:1);
e) Hidrogen peroksida (H_2O_2);
f) Larutan natrium molibdat 2 %;
g) Larutan pereduksi;
campurkan 50 mL H_2SO_4 dengan 300 mL air suling dalam gelas piala 500 mL dan dinginkan sampai suhu ruang kemudian tambahkan 15 g NaCl, 15 g hidroksilamin sulfat, dan 25 g $SnCl_2$. Pindahkan kedalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
h) Larutan $NaBH_4$;
larutkan 3 g serbuk $NaBH_4$ dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 mL.

i) Larutan pengencer;
masukkan 300 mL sampai dengan 500 mL air suling ke dalam labu ukur 1.000 mL dan tambahkan 58 mL HNO_3 kemudian 67 mL H_2SO_4. Encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok.
j) Larutan baku 1.000 µg/mL Hg;
larutkan 0,135 4 g $HgCl_2$ dengan kira-kira 25 mL air suling dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
k) Larutan baku 1 µg/mL Hg; dan
Pipet 1 mL larutan baku 1.000 mg/l Hg ke dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 1 mg/l.
l) Larutan baku kerja Hg.
Pipet masing-masing 0,25 mL; 0,5 mL; 1 mL; dan 2 mL larutan baku 1 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,002 5 µg/mL; 0,005 µg/mL; 0,01 µg/mL; 0,02 µg/mL Hg.

A.8.4.4 Cara kerja

A.8.4.4.1 Pengabuan basah

a) Timbang 5 g contoh (m) dengan teliti ke dalam labu destruksi dan tambahkan 25 mL H_2SO_4 9 M, 20 mL HNO_3 7 M, 1 mL larutan natrium molibdat 2 %, dan 5 butir sampai dengan 6 butir batu didih;
b) hubungkan labu destruksi dengan pendingin dan panaskan di atas penangas listrik selama 1 jam. Hentikan pemanasan dan biarkan selama 15 menit;
c) tambahkan 20 mL campuran HNO_3 – $HClO_4$ (1:1) melalui pendingin;
d) hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbul uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10 menit dan dinginkan;
e) tambahkan 10 mL air suling melalui pendingin dengan hati-hati sambil labu digoyang-goyangkan;
f) didihkan lagi selama 10 menit;
g) matikan pemanas dan cuci pendingin dengan 15 mL air suling sebanyak 3 kali kemudian dinginkan sampai suhu ruang;
h) pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
i) pipet 25 mL larutan di atas ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis;
j) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
k) tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja Hg, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat “HVG”;
l) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
m) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
n) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
o) lakukan pengerjaan duplo; dan
p) hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.8.4.4.2 Destruksi menggunakan *microwave* atau destruksi sistem tertutup

a) Timbang 1 g contoh (m) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO_3, 1 mL H_2O_2 kemudian tutup rapat;

b) masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
c) pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 50 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
d) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
e) tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
f) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
g) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
h) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
i) lakukan pengerjaan duplo; dan
j) hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.8.4.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan merkuri (Hg) (mg/kg)} = \frac{C}{m} \times V \times fp \qquad (11)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi merkuri (Hg) dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);
fp adalah faktor pengenceran.

A.8.4.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimum 16 % dari nilai rata-rata hasil kandungan merkuri (Hg). Jika kisaran lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang kembali.

A.9 Cemaran arsen (As)

A.9.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan $NaBH_4$ atau $SnCl_2$ sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang maksimum 193,7 nm.

A.9.2 Peralatan

a) SSA yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida ("HVG");
b) Tanur;
c) *Microwave digester* ;
d) Labu *Kjeldahl* 250 mL;
e) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
f) *Bunsen burner*;
g) Pemanas listrik;
h) Labu ukur 1.000 mL, 500 mL, 100 mL, dan 50 mL;
i) Pipet volumetrik 25 mL;
j) Cawan porselen kapasitas 50 mL;
k) Gelas ukur 25 mL;
l) Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret; dan

m) Labu borosilikat berdasar bulat 50 mL.

A.9.3 Pereaksi

a) Asam nitrat (HNO_3) pekat;
b) Asam perklorat ($HClO_4$) pekat;
c) Natrium boronhidrida ($NaBH_4$) 4 %;
larutkan 3 g $NaBH_4$ dan 3 g NaOH dengan air suling sampai tanda garis dalam labu ukur 500 mL.
d) Asam klorida (HCl) 8 M;
larutkan 66 mL HCl 37 % kedalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
e) Timah (II) klorida ($SnCl_2.2H_2O$) 10 %;
timbang 50 g $SnCl_2.2H_2O$ ke dalam piala gelas 200 mL dan tambahkan 100 mL HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
f) Kalium iodida (KI) 20 %;
timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
g) Larutan $Mg(NO_3)_2$ 75 mg/mL;
larutkan 3,75 g MgO dengan 30 mL H_2O secara hati-hati, tambahkan 10 mL HNO_3, dinginkan dan encerkan hingga 50 mL dengan air suling.
h) Larutan baku 1 000 µg/mL As;
larutkan 1,320 3 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20 % dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1 (1 bagian asam : 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1 L dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
i) Larutan baku 100 µg/mL As;
pipet 10 mL larutan baku arsen 1.000 µg/mL ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 µg/mL As.
j) Larutan baku 1 µg/mL As; dan
pipet 1 mL larutan standar arsen 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 µg/mL As.
k) Larutan baku kerja As;
pipet masing-masing 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 1 µg/mL As ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,01 µg/mL; 0,02 µg/mL; 0,03 µg/mL; 0,04 µg/mL dan 0,05 µg/mL As.

A.9.4 Cara kerja

A.9.4.1 Pengabuan basah

a) Timbang 5 g sampai 10 g contoh (m) ke dalam labu *Kjeldahl* 250 mL, tambahkan 5 mL sampai 10 mL HNO_3 pekat dan 4 mL sampai 8 mL H_2SO_4 pekat dengan hati-hati;
b) setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO_3 pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman;
c) tambahkan 2 mL $HClO_4$ 70 % sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan asam perklorat, tambahkan lagi sedikit HNO_3 pekat);
d) dinginkan, tambahkan 15 mL H_2O dan 5 mL ammonium oksalat jenuh;
e) panaskan sehingga timbul uap SO_3 di leher labu;
f) dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);

g) pipet 25 mL larutan diatas dan tambahkan 2 mL HCl 8 M, 0.1 mL KI 20 % kemudian kocok dan biarkan minimum 2 menit;
h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
i) tambahkan larutan pereduksi ($NaBH_4$) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
j) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
k) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
l) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
m) lakukan pengerjaan duplo; dan
n) hitung kandungan As dalam contoh.

A.9.4.2 Destruksi menggunakan *microwave* atau destruksi sistem tertutup

a) Timbang 1 g contoh (m) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO_3, 1 mL H_2O_2 kemudian tutup rapat;
b) masukkan ke dalam oven *microwave* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
c) setelah dingin, pindahkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 25 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
d) pipet 10 mL larutan destruksi ke dalam labu borosilikat berdasar bulat 50 mL, tambahkan 1 mL larutan $Mg(NO_3)_2$. Uapkan di atas penangas listrik hingga kering dan arangkan. Abukan dalam tanur dengan suhu 450 °C (± 1 jam);
e) dinginkan, larutkan dengan 2,0 mL HCl 8 M, 0.1 mL KI 20 % dan biarkan minimum 2 menit. Tuangkan larutan tersebut ke dalam tabung contoh pada alat;
f) siapkan $NaBH_4$ dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
g) tuangkan larutan baku kerja As 0,01 µg/mL; 0,02 µg/mL; 0,03 µg/mL; 0,04 µg/mL; 0,05 µg/mL serta blanko ke dalam 6 tabung contoh lainnya. Nyalakan *bunsen burner* serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
h) baca nilai absorbans tertinggi larutan baku kerja As dan contoh dengan blanko sebagai koreksi;
i) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi As (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
j) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
k) lakukan pengerjaan duplo; dan hitung kandungan As dalam contoh.

A.9.5 Perhitungan

Kandungan arsen (As) (mg/kg) $= \frac{C}{m} \times V \times fp$ (12)

Keterangan:

C adalah konsentrasi arsen (As) dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);
fp adalah faktor pengenceran.

A.9.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimum 16 % dari nilai rata-rata hasil kandungan merkuri (Hg). Jika kisaran lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang kembali.

Bibliografi

[1] AOCS Official Method Cc 13e-92, Color, Lovibond Method Using Color Glasses Calibrated in Accordance with the Lovibond Tintometer Color Scale. Reapproved 2009.

[2] AOCS Official Method Ca 2c-25, Moisture and Volatile Matter-Air Oven Method. Reapproved 2009

[3] AOCS Official Method Ca 3a-46 Insoluble Impurities. Reapproved 2009

[4] AOCS Official Method Cc 3-25 Slip Melting Point AOCS Standard Open Tube Melting Point. Reapproved 2009

[5] AOCS Official Method Ca 5a-40, Free fatty acids. Reapproved 2009.

[6] AOCS Recommended Practice Cd 1b-87, Iodine Value of Fats and Oils Cyclohexane Method. Reapproved 2009.

[7] AOCS Official Method Cd 8b-90, Peroxide Value Acetic Acid-Isooctane Method. Reapproved 2009.

[8] AOCS Official Method Ca 18c-91, Determination of Lead by Direct Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry. Reapproved 2009

[9] AOCS Official Method Ca 18d-01, Determination of Cadmium Content by Direct Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry. Reapproved 2009

[10] AOAC Official Method 986.15, Arsenic, Cadmium, Lead, Selenium, and Zinc in Human and Pet Foods, Multielement Method

[11] AOAC Official Method 971.21, Mercuri in Foods, Atomic Absorption Spectrophotometric Method

[12] AOAC Official Method 985.6, Tin in Canned Foods, Flameless Atomic Absorption Spectrophotometric Method

Informasi Pendukung Terkait Perumus Standar

[1] KomtekPerumus SNI

Komite Teknis 67-04, Makanan dan Minuman

[2] Susunan Keanggotaan Komtek Perumus SNI

Ketua	: Abdul Rochim	Dit. IMHLP - Kemenperin
Sekretaris	: Miranti Rahayu	BPPI - Kemenperin
Anggota	: Basrah Ernie	Pusat Layanan Informasi Industri Pangan
	Abdul Rochim	Dit. IMHLP - Kementerian Perindustrian
	Jef Rinaldi	Dit. IMHLP - Kementerian Perindustrian
	Andriani.Z.	Dit. IMHLP - Kementerian Perindustrian
	Ericha Fatma Yuniati	Dit. IMHLP - Kementerian Perindustrian
	Deksa Presiana	BPOM
	Djoko Setyono	Masyarakat
	Jenny Elisabeth	Wilmar Group Indonesia
	Roch Ratri Wandasarl	GAPMMI
	Cahyo Konstitusianto	PT. Indofood CBP Sukses Makmur
	Haniwar	Asosiasi Pengolahan Daging Indonesia
	Ning Ima Arie W.	Balai Besar Industri dan Agro
	Dianawati	Kementerian Perdagangan
	Anna Maria	AP5I

[3] Konseptor Rancangan SNI

Balai Besar Industri Agro - Kementerian Perindustrian

[4] Sekretariat Pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri
Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian